

日本国特許庁  
JAPAN PATENT OFFICE

12.4.2004

BEST AVAILABLE COPY

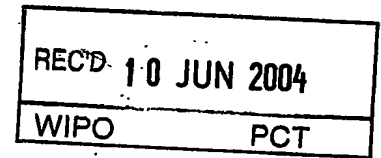
別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日  
Date of Application: 2003年 3月24日

出願番号  
Application Number: 特願2003-080194  
[ST. 10/C]: [JP2003-080194]

出願人  
Applicant(s): 三洋化成工業株式会社

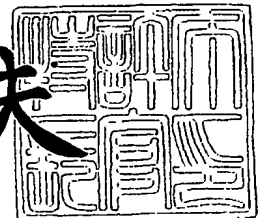


PRIORITY DOCUMENT  
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH  
RULE 17.1(a) OR (b)

2004年 5月27日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

今井康夫



【書類名】 特許願

【整理番号】 P5923

【提出日】 平成15年 3月24日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 C10M107/34

【発明者】

    【住所又は居所】 京都市東山区一橋野本町 1 1 番地の 1 三洋化成工業株式会社内

    【氏名】 岡本 毅

【発明者】

    【住所又は居所】 京都市東山区一橋野本町 1 1 番地の 1 三洋化成工業株式会社内

    【氏名】 今井 堯一

【特許出願人】

    【識別番号】 000002288

    【氏名又は名称】 三洋化成工業株式会社

    【代表者】 笥 哲男

【手数料の表示】

    【予納台帳番号】 033031

    【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

    【物件名】 明細書 1

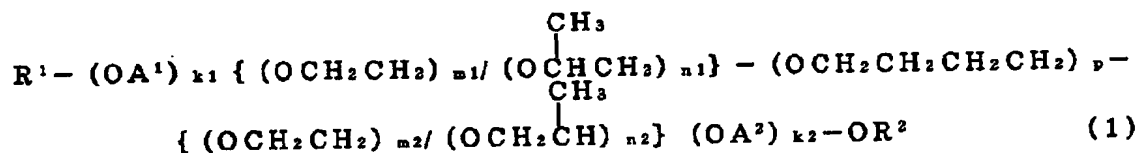
    【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書  
 【発明の名称】 金属加工用潤滑剤  
 【特許請求の範囲】

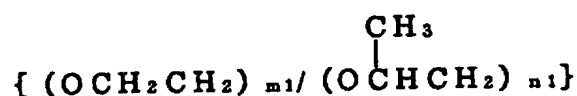
【請求項1】 下記一般式(1)で表され、HLBが8.5以上で、且つ重量平均分子量が1,000～30,000であるポリエーテル(E)、及び炭素数8～12の脂肪族モノカルボン酸及び／又はジカルボン酸(F)からなり、(E)と(F)の配合比率が質量比で1:0.03～1.2である金属加工用潤滑剤。

【化1】



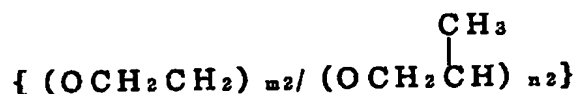
[式中、R<sup>1</sup>及びR<sup>2</sup>はH又は炭素数1～8のアルキル基；A<sup>1</sup>及びA<sup>2</sup>は炭素数が3又は4の1種以上のアルキレン基；k<sub>1</sub>及びk<sub>2</sub>は0又は1以上の整数；m<sub>1</sub>及びm<sub>2</sub>は1以上の整数；n<sub>1</sub>及びn<sub>2</sub>は0又は1以上の整数；pは5以上の整数であり、且つ(k<sub>1</sub>+k<sub>2</sub>+m<sub>1</sub>+m<sub>2</sub>+n<sub>1</sub>+n<sub>2</sub>+p)は20以上の整数を示し；

【化2】



及び

【化3】



はランダム結合である。]

【請求項2】 前記(E)が、前記一般式(1)において(k<sub>1</sub>+n<sub>1</sub>)及び(k<sub>2</sub>+n<sub>2</sub>)が1以上の整数である請求項1記載の潤滑剤。

【請求項3】 前記(E)における全オキシアルキレン基中の(OCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>)単位の割合が5～50モル%である請求項1又は2記載の潤滑剤。

剤。

【請求項 4】 請求項 1～3 の何れか記載の潤滑剤及び、水、酸化防止剤、極圧添加剤、防錆剤、及び消泡剤からなる群から選ばれる 1 種以上の添加剤からなる金属加工用組成物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明はポリエーテル系金属加工用潤滑剤に関する。さらに詳しくは、潤滑性、特にアルミニウムに対して潤滑性に優れたポリエーテル系水溶性金属加工油に関する。

【0002】

【従来の技術】

切削油、摺動面潤滑油、圧延油、引き抜き油、プレス油、鍛造油、アルミディスク及びシリコンウエハの研磨・切断等の加工に用いる金属加工油は、水溶性、低泡性、潤滑性及びオイル分離性が要求される。従来、水溶性ポリエーテル系の金属加工用潤滑剤は、水への溶解性を上げるためにポリエーテル中のオキシエチレン単位（以後EO単位と略記）を導入して水溶性を付与し、さらに潤滑性を満たすために分子量を1,000以上のものからなるものが提案されている（特開2002-226879号）。また、廃水処理性を良くする為に、多価アルコールにEOとPOをランダム付加した後、POをブロック付加したものに、アルコールEO付加物と、多価アルコールに炭素数3～4のアルキレンオキサイドを付加したものの三者を併用した潤滑剤が提案されている（特開昭58-145791）。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】

しかしながら、最近の高い潤滑性のレベルが要求されるようになっており、これらの加工油の潤滑性がまだ十分でなく、特にアルミニウム等の塑性金属の加工性が不十分であるという問題があった。

本発明は、潤滑性に優れた金属加工用潤滑剤を提供することを目的とする。

## 【0004】

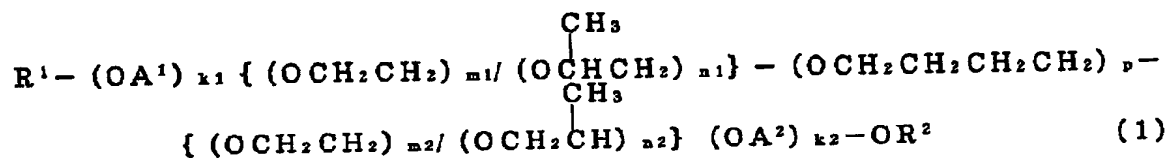
## 【課題を解決するための手段】

本発明者らは、上記の問題点に鑑み、鋭意検討した結果、本発明に到達した。

即ち、本発明は、下記一般式(1)で表され、HLBが8.5以上で、且つ重量平均分子量が1,000～30,000であるポリエーテル(E)、及び炭素数8～12の脂肪族モノカルボン酸及び／又はジカルボン酸(F)からなり、(E)と(F)の配合比率が質量比で1:0.03～1.2である金属加工用潤滑剤である。

## 【0005】

## 【化4】

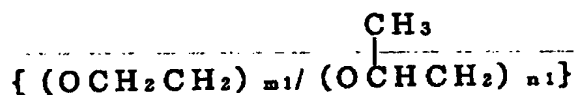


## 【0006】

[式中、R<sup>1</sup>及びR<sup>2</sup>はH又は炭素数1～8のアルキル基；A<sup>1</sup>及びA<sup>2</sup>は炭素数が3又は4の1種以上のアルキレン基；k<sub>1</sub>及びk<sub>2</sub>は0又は1以上の整数；m<sub>1</sub>及びm<sub>2</sub>は1以上の整数；n<sub>1</sub>及びn<sub>2</sub>は0又は1以上の整数；pは5以上の整数であり、且つ(k<sub>1</sub>+k<sub>2</sub>+m<sub>1</sub>+m<sub>2</sub>+n<sub>1</sub>+n<sub>2</sub>+p)は20以上の整数を示し；

## 【0007】

## 【化5】

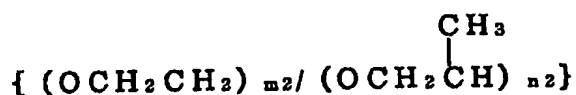


## 【0008】

及び

## 【0009】

## 【化6】



## 【0010】

はランダム結合である。]

## 【0011】

## 【発明の実施の形態】

本発明のポリエーテル (E) を表す上記一般式 (1) において、 $R^1$  及び  $R^2$  は H 又は炭素数 1～8 のアルキル基である。アルキル基としては、メチル基、エチル基、*n*- 及び *i*so-プロピル基、*n*-、*i*so-、*sec*- 及び *tert*-ブチル基、ペンチル基、ヘキシル基、ペンチル基、オクチル基等が挙げられる。これらのうち好ましいのは H 及び炭素数 3 以下のアルキル基であり、より好ましくは H 及びメチル基であり、特に好ましくは H である。炭素数が 8 を超えると (E) の水溶性が悪くなる。

## 【0012】

前記一般式 (1) における  $p$  は 5 以上の整数であり、好ましくは 8～50、より好ましくは 9～20 である。 $p$  が 5 より小さいと潤滑性が悪くなる。

一般式 (1) における  $k_1$  及び  $k_2$  は 0 又は 1 以上の整数であり、好ましくは  $k_1$  及び  $k_2$  が 2～100 の整数で且つ  $k_1 + k_2$  が 5～200、より好ましくは  $k_1$  及び  $k_2$  が 3～50 で且つ  $k_1 + k_2$  が 6～100 である。 $k_1$  及び  $k_2$  が 2～100 の整数で且つ  $k_1 + k_2$  が 5～200 であると低泡性が良好である。

一般式 (1) における  $m_1$  及び  $m_2$  は 1 以上の整数であり、好ましくは 2～200 である。より好ましくは  $m_1 + m_2$  が 6～300、より好ましくは  $m_1 + m_2$  が 10～100 である。 $m_1 + m_2$  が 6～300 であると水溶性が良好となる。

一般式 (1) における  $n_1$  及び  $n_2$  は 0 又は 1 以上の整数であり、好ましくは 0～100 である。より好ましくは  $n_1 + n_2$  が 3～100、より好ましくは  $n_1 + n_2$  が 3～50 である。 $n_1 + n_2$  が 3～100 であると低温流動性が良好である。

## 【0013】

また、 $k_1$ 、 $k_2$ 、 $m_1$ 、 $m_2$ 、 $n_1$ 、 $n_2$  及び  $p$  は、(E) の重量平均分子

量 1, 000 ~ 30, 000 を満たす範囲の整数であり、 $(k_1 + k_2 + m_1 + m_2 + n_1 + n_2 + p)$  が 20 以上の整数、好ましくは 30 ~ 500、より好ましくは 40 ~ 200 である。 $(k_1 + k_2 + m_1 + m_2 + n_1 + n_2 + p)$  が 20 未満であると潤滑剤の潤滑性が不十分である。

また、 $(k_1 + n_1)$  及び  $(k_2 + n_2)$  は 1 以上の整数であることが好ましく、より好ましくは 2 ~ 200、特に好ましくは 3 ~ 150 である。 $(k_1 + n_1)$  及び  $(k_2 + n_2)$  が 1 以上であると鋼材に対する潤滑性が良好となる。

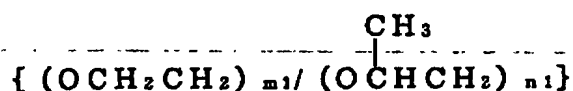
#### 【0014】

一般式 (1) における A1 及び A2 は炭素数 3 又は 4 のアルキレン基から選ばれる 1 種以上であり、例えば 1, 2- 及び 1, 3- プロピレン基、1, 2-, 2, 3-, 1, 3-, 1, 4- 及び *iso*-ブチレン基が挙げられる。これらのうち好ましいのは 1, 2- プロピレン基、1, 2- ブチレン基であり、特に好ましいのは 1, 2- プロピレン基である。

また、一般式 (1) においてはオキシアリキレン基中の  $(OCH_2CH_2CH_2CH_2)$  単位の含量 (モル%) :  $[p / (k_1 + k_2 + m_1 + m_2 + n_1 + n_2 + p)] \times 100$  が 5 ~ 50 であるのが好ましく、10 ~ 40 となる値であるのがより好ましい。 $(OCH_2CH_2CH_2CH_2)$  単位の含量が 5 ~ 50 モル% の範囲であると潤滑剤の潤滑性が良好である。

#### 【0015】

#### 【化 7】

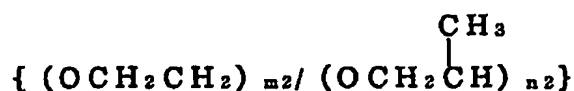


#### 【0016】

及び

#### 【0017】

#### 【化 8】



## 【0018】

はEO単位とPO単位のランダム結合部分である。ランダム部分の(EO単位) / (PO単位) のモル比は好ましくは100/0~30/70であり、より好ましくは95/5~40/60である。ランダム部分が存在すると低温流動性が良好という点で好ましい。

## 【0019】

一般式(1)で示される化合物の製造法の一例を挙げると、 $\text{H}(\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2)_p\text{OH}$ で表されるポリオキシテトラメチレングリコール(以下PTMGと略記)に、触媒の存在下、好ましくは90~180℃で常圧乃至加圧下(好ましくは0~0.6MPa)に、EO単独付加又はEO及びPOをランダムに付加し、次いで炭素数3~4のAOを付加させ、必要により触媒を除去することにより、R1及びR2がHの場合の化合物を得る方法が挙げられる。さらに得られたAO付加物の末端をアルキルエーテル化して、R1及びR2がアルキル基の場合の化合物を製造できる。

## 【0020】

上記炭素数3~4のAOとしては、PO、1,2-、2,3-及び1,3-ブチレンオキシド、イソブチレンオキシド等が挙げられる。これらのうち好ましいのは、PO、1,2-ブチレンオキシドである。これらは2種以上を併用してもよく、併用の場合の付加形式はランダムでもブロックでもよい。特に好ましくはPO単独付加である。

## 【0021】

上記AO付加に用いる触媒としては、通常用いられる公知の触媒でよく、アルカリ触媒、例えば、水酸化物[ $\text{KOH}$ 、 $\text{NaOH}$ 、 $\text{CsOH}$ 、 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 等のアルカリ金属若しくはアルカリ土類金属の水酸化物等]、酸化物( $\text{K}_2\text{O}$ 、 $\text{CaO}$ 、 $\text{BaO}$ 等のアルカリ金属若しくはアルカリ土類金属の酸化物等)、アルカリ金属( $\text{Na}$ 、 $\text{K}$ 等)、及びその水素化物( $\text{NaH}$ 、 $\text{KH}$ 等)、アミン類(トリエチルアミン、トリメチルアミン等)が挙げられる。 $\text{THF}$ 単独付加、あるいは $\text{THF}$ と他のAOを共付加重合する場合は、さらに、 $\text{BF}_3$ 、 $\text{BCl}_3$ 、 $\text{AlCl}_3$ 、 $\text{FeCl}_3$ 、 $\text{SnCl}_3$ 等のルイス酸及びそれらの錯体[例えば $\text{BF}_3$ エーテル



錯体、 $\text{BF}_3$ テトラヒドロフラン錯体 ( $\text{BF}_3 \cdot \text{THF}$ ) ] ;  $\text{H}_2\text{SO}_4$ 、 $\text{HClO}_4$ 等のプロトン酸 ;  $\text{KClO}_4$ 、 $\text{NaClO}_4$ 等のアルカリ金属の過塩素酸塩 ;  $\text{Ca}(\text{ClO}_4)_2$ 、 $\text{Mg}(\text{ClO}_4)_2$ 等のアルカリ土類金属の過塩素酸塩 ;  $\text{Al}(\text{ClO}_4)_3$ 等の前記以外の金属の過塩素酸塩等が挙げられる。

これらの触媒のうち好ましくは、 $\text{KOH}$ 、 $\text{NaOH}$ 、 $\text{CsOH}$ 、 $\text{BF}_3$ エーテル錯体及び $\text{BF}_3 \cdot \text{THF}$ である。特に好ましくは $\text{KOH}$ である。

#### 【0022】

アルキルエーテル化をする場合は、 $\text{AO}$ 付加物をアルカリ ( $\text{KOH}$ 、 $\text{NaOH}$ 及び $\text{CsOH}$ 等のアルカリ金属の水酸化物等) の存在下にハロゲン化アルキル (炭素数1~8) と反応させることで製造できる。炭素数1~8のアルキル基は前記 $\text{R}_1$ 及び $\text{R}_2$ と同じものである。ハロゲン化アルキルの量は、 $\text{AO}$ 付加物の水酸基に対し、当量比で1/1~5/1が好ましく、特に1.2/1~4/1が好ましい。また、アルカリの添加量は、 $\text{AO}$ 付加物の水酸基に対し、当量比で1/1~10/1が好ましく、特に1.2/1~5/1が好ましい。

この様にして得られた本発明における (E) のHLB値は、通常8.5以上である。好ましくは8.8~17であり、より好ましくは9~15である。(E) のHLB値が8.5未満であると水溶性が悪くなる。

なお、HLBは、化合物の有機性の値と無機性の値の比率から算出するもの (小田式) であり、「新界面活性剤入門」[1996年、三洋化成工業社] 197頁に記載の計算方法により算出される。

#### 【0023】

(E) の重量平均分子量 ( $\text{Mw}$ ) は、通常1,000~30,000であり、好ましくは2,000~10,000、より好ましくは2,300~6,000である。1,000未満では潤滑剤の潤滑性が不良となり、30,000を超えると潤滑剤の動粘度が高くなりすぎる。 $\text{Mw}$ は、ゲルパーミエーションクロマトグラフィー (GPC) を使用して以下の条件で測定する。

測定機器: 東ソー社製 HLC 8120

溶離液 : 種類 THF

流速 : 0.6 (ml/分)

カラム : TSK gel Super H4000, H3000, H2000

基準物質: ポリプロピレングリコール

尚、(E)の原料として使用するポリテトラメチレングリコール (PTMG) の場合のみ分子量は数平均分子量であり、OH値から計算した値である。

#### 【0024】

炭素数8～12の脂肪族モノカルボン酸及び／又はジカルボン酸(F)における炭素数8～12のモノカルボン酸としては、脂肪族モノカルボン酸が挙げられる。具体的には、例えばオクチル酸、ノナン酸、デカン酸、ウンデカン酸、ドデカン酸等である。これらの内、好ましくはオクチル酸、ノナン酸、デカン酸であり、より好ましくはオクチル酸、ノナン酸である。炭素数が8未満であると金属が錆易くなり、12を超えると潤滑剤が泡立ち易く使用し辛くなる。

炭素数8～12のジカルボン酸としては、脂肪族ジカルボン酸が挙げられる。具体的には、例えばアゼライン酸、セバシン酸、ドデカン二酸等である。これらの内、好ましくはアゼライン酸、セバシン酸であり、より好ましくはセバシン酸である。炭素数が8未満であると金属が錆易くなり、12を超えると潤滑剤が泡立ち易く使用し辛くなる。

これらのうち好ましいものは、炭素数8～10の脂肪族モノカルボン酸である。

。

#### 【0025】

本発明における金属加工用潤滑剤は上記の(E)と(F)からなり、(E)と(F)の配合比率(質量比)は、(E)1に対して(F)が通常0.03～1.2であり、好ましくは0.06～1.1であり、より好ましくは0.1～1.0である。(F)の量が0.03未満であると金属が錆易く潤滑性も不良になりやすい。1.2を超えると潤滑剤のオイル分離性が不良となる。

本発明の金属加工用潤滑剤には、必要に応じて脂肪族アミンのAO付加物(G)を配合してもよい。(E)と(G)の配合比率(質量比)は、(E)1に対して(G)が好ましくは0.03～1.2であり、より好ましくは、0.1～1.0である。(G)が0.03以上であると潤滑剤のオイル分離性が良好となり、1.2以下であると潤滑性が良好となる。

## 【0026】

脂肪族アミンのAO付加物としては、炭素数1～10又はそれ以上のアルキルモノアミン（メチルアミン、エチルアミン、ジエチルアミン、プロピルアミン、ブチルアミン、シクロヘキシルアミン、オクチルアミン等）：炭素数2～18又はそれ以上のアルキレンジアミン（エチレンジアミン、プロピレンジアミン、ヘキシレンジアミン、オクチレンジアミン、デシレンジアミン及びドデシレンジアミン等）及び炭素数4～18又はそれ以上のポリアルキレンポリアミン（アミン数；好ましくは3～6）（ジエチレントリアミン、トリエチレンテトラミン、テトラエチレンペンタミン、ペンタエチレンヘキサミン、ヘキサメチレンペンタミン等のポリエチレンポリアミン等）の炭素数2～4のAO（例えばEO、PO）の付加物が挙げられる。EO及びPOの付加モル数は、アミンのN原子1個当たり好ましくは0.5～2モルである。0.5～2であるとオイル分離性が良好となる。好ましくはPOの付加物であり、付加モル数は1～2モルが好ましい。

## 【0027】

本発明の金属加工用潤滑剤には、さらに必要により水を含有させることができる。

水を使用する場合、（E）の含量が好ましくは5～90質量%、より好ましくは10～60質量%になるように水で希釈しておき、使用時に更に水で希釈して使用するのがよい。

また、本発明の金属加工用潤滑剤には、さらに酸化防止剤、極圧添加剤、防錆剤、及び消泡剤等の添加剤を加えて使用することができる。これらの添加剤は2種以上を併用してもよい。

## 【0028】

酸化防止剤としては、フェノール系酸化防止剤〔例えば2,4-ジメチル-6-tert-ブチルフェノール、4,4-ブチリデンビス（6-tert-ブチルメタクレゾール）等〕；アミン系酸化防止剤（例えばフェニル- $\alpha$ -ナフチルアミン、フェニル- $\beta$ -ナフチルアミン等）；ジアルキル（炭素数1～36）ジチオリン酸亜鉛；ジアリル（炭素数2～36）ジチオリン酸亜鉛；有機硫化物；

有機セレナイド等が挙げられる。

### 【0029】

極圧添加剤としては、鉛石けん（ナフテン酸鉛等）；硫黄化合物（硫化オレイン酸等の硫化脂肪酸、硫化脂肪酸エステル、硫化スパーム油、硫化テルペン、ジベンジルダイサルファイド、炭素数8～24のアルキルチオプロピオン酸のアミン塩又はアルカリ金属塩、炭素数8～24のアルキルチオグリコール酸のアミン塩又はアルカリ金属塩等）；塩素化合物（塩素化ステアリン酸、塩素化パラフィン、クロロナフサザンテート等）；リン化合物（トリクレジルホスフェート、トリブチルホスフェート、トリクレジルホスファイト、*n*-ブチルジ-*n*-オクチルホスフィネート、ジ-*n*-ブチルジヘキシルホスホネート、ジ-*n*-ブチルフェニルホスホネート、ジブチルホスホロアミデート、アミンジブチルホスフェート等）等が挙げられる。

### 【0030】

防錆剤としては、例えば有機アミン（脂肪族アミン、例えばラウリルアミン、オレイルアミン；複素環式アミン、例えばモルホリン；アルカノールアミン、例えばモノエタノールアミン、トリエタノールアミン、イソプロパノールアミン、*N*-ジメチルアミノエタノールアミン、イソプロパノールアミン等）；炭素数14～36の脂肪族カルボン酸とそのアミド（ミリスチン酸、パルミチン酸、オレイン酸、オレイルアミド等）；炭素数6～36のアルケニルコハク酸とそのアミド（オクテニルコハク酸、ドデセニルコハク酸、ペンタデセニルコハク酸、オクテニルコハク酸アミド等）；芳香族カルボン酸（安息香酸、*p*-tertブチル安息香酸、ニトロ安息香酸等）；シクロヘキシルアミンナイトライト；ベンゾトリアゾール；メルカプトベンゾチアゾール；*N*, *N'*-ジサリチリデン-1, 2-ジアミノプロパン；アリザリン等が挙げられる。尚、炭素数14～36の脂肪族カルボン酸とそのアミド及び炭素数6～36のアルケニルコハク酸とそのアミドは、油性向上剤としての機能も有する。

消泡剤としてはポリオルガノシロキサン（例えばポリジメチルシロキサン等）等が挙げられる。

### 【0031】

本発明の金属加工用潤滑剤の組成物中、(E)の含量は、好ましくは5～90質量%、より好ましくは10～50質量%である。水の含量は、好ましくは95質量%以下、より好ましくは10～90質量%、特に好ましくは20～80質量%である。酸化防止剤を使用する場合の含量は、好ましくは0.0001～2質量%、より好ましくは0.001～1%である。極圧添加剤を使用する場合の含量は、好ましくは10質量%以下、より好ましくは5質量%以下である。防錆剤を使用する場合の含量は、好ましくは25質量%以下、より好ましくは1～20質量%である。消泡剤を使用する場合の含量は、好ましくは1000ppm以下、より好ましくは10～500ppmである。

### 【0032】

本発明の金属加工用潤滑剤は、通常、水で希釈（例えば、質量基準で10～100倍）して使用する。特に(E)の含量が0.5～3質量%（特に1～2質量%）、(F)の含量が0.1～2質量%（特に0.2～2質量%）となるように希釈して用いるのが好ましい。例えば、ソリューション型切削用として用いる場合、前記希釈液を被切削金属及び切削工具に供給することにより使用できる。

本発明の金属加工用潤滑剤は鋼材に対する潤滑性に優れるだけでなく、アルミニウムのような塑性金属に対する潤滑性にも優れる。この理由としては、オキシテトラメチレン基のブロック部分がアルミ表面上に配向しやすくなり、油膜強度が上がっているためと推定される。

また、本発明の金属加工用潤滑剤は、切削油、研削油、摺動面潤滑油、圧延油、引き抜き油、プレス油、鍛造油、アルミディスク及びシリコンウエハの研磨、切断等の加工に用いる金属加工油に用いることができる。

### 【0033】

#### 【実施例】

以下の実施例によって本発明を詳細に説明するが、本発明はこれに限定されるものではない。なお、特記しない限り、文中の%は質量%を表す。

### 【0034】

試験方法は、以下のとおりである。

#### (1) 潤滑性

潤滑性はボール・オン・ディスクタイプの摩擦摩耗試験器（レスカ社製 フリクションプレーヤー FPR-2000）を用い、鋼球と平面の鋼板及びアルミニウム板との点接触（荷重 100 g）における摩擦係数を観察することにより、評価した。試験条件を下記に示す。

＜試験液の調整＞

潤滑性の評価は、本発明の潤滑剤の 5 % 水溶液で実施した。なお、後述の曇点は、(E) の 2 % 水溶液で実施した。

＜潤滑性試験条件＞

回転数: 20 rpm

回転半径: 15 mm

温度: 30℃

時間: 5 分間

摩擦係数: 時間 5 分間の平均

油膜切れ: 摩擦係数 ( $\mu$ ) が立ち上がる状態を見た。

○: ( $\mu$  の変動幅;  $< 0.025$ )

△: ( $\mu$  の変動幅;  $0.025 \sim 0.040$ )

×: ( $\mu$  変動幅;  $> 0.040$ )

【0035】

(2) 曇点

ガラス試験管中の (E) の 2 % 水溶液を約 95℃ の熱湯を用いて加熱し、目視により白濁を確認した温度として測定した。

【0036】

製造例 1

ガラス製オートクレープに PTMG 1000 1,000 g (1 モル) (ポリテトラメチレングリコール: 数平均分子量 1,000; 三菱化学社製。以下同様とする。) と KOH 1.5 g を仕込み、減圧脱水 (減圧下、130℃、1 時間以下同様とする。) 後、耐圧滴下ロートから EO 2000 g (45.5 モル) を 150℃ で滴下した。その後、150℃ で圧力が平衡になるまで反応させた後、耐圧滴下ロートから PO 1000 g (17.2 モル) を 105℃ で滴下し

た。その後、130℃で圧力平衡になるまで反応させることにより、PTMGのEO 45.5モルとPO 17.2モルのブロック付加体3980g (E1)を得た。

外観 (25℃) : 固状

HLB : 11.15

曇点 : 56℃

【0037】

#### 製造例 2

ガラス製オートクレープに (E1) 1000g を仕込み、減圧脱水後、耐圧滴下ロートからPO 250g (4.3モル) を105℃で滴下した。その後、130℃で圧力平衡になるまで反応させることにより、PTMGのEO 45.5モルとPO 34.5モルのブロック付加体1230g (E2) を得た。

外観 (25℃) : ペースト状

HLB : 9.82

曇点 : 39℃

【0038】

#### 製造例 3

ガラス製オートクレープにPTMG 1000 1,000g (1モル) と粉末KOH 6.0g を仕込み、減圧脱水後、耐圧滴下ロートからEO 1600g (36.4モル) とPO 400g (6.9モル) を温度125℃で滴下し、130℃で圧力平衡になるまで反応させることにより、PTMGのEO 36.4モルとPO 6.9モルのランダム付加体2990g (E3) を得た。

外観 (25℃) : 液状

HLB : 11.48

曇点 : 78℃

【0039】

#### 製造例 4

ガラス製オートクレープに (E3) 1200g (0.4モル) を仕込み、減圧脱水後、耐圧滴下ロートからPO 200g (3.45モル) を温度105℃で

滴下し、130℃で圧力平衡になるまで反応させることにより、PTMGのEO 36.4モルとPO 6.9モルのランダム、及びPO 8.6モルブロック付加体 1380g (E4) を得た。

外観 (25℃) : 液状

HLB : 10.51

曇点 : 56℃

【0040】

#### 製造例 5

ガラス製オートクレーブに (E4) を 1200g (0.34モル) を仕込み、減圧脱水後、耐圧滴下ロートからPO 171.4g (3.0モル) を温度105℃で滴下し、130℃で圧力平衡になるまで反応させることにより、PTMGのEO 36.4モルとPO 6.9モルのランダム、及びPO 17.2モルブロック付加体 1350g (E5) を得た。

外観 (25℃) : 液状

HLB : 9.76

曇点 : 45℃

【0041】

#### 比較製造例 1

ガラス製オートクレーブにプロピレングリコール 76g (1モル) とKOH 6.0g を仕込み、減圧脱水後、耐圧滴下ロートからEO 3177g (72.2モル) とPO 2060g (35.5モル) を125℃で滴下した。その後、同温度で圧力が平衡になるまで反応させた後、耐圧滴下ロートからPO 483g (8.3モル) を105℃で滴下した。その後、130℃で圧力平衡になるまで反応させることにより、プロピレングリコールのEO 72.2モルとPO 35.5モルのランダム、及びPO 8.3モルブロック付加体 5750g (E'1) を得た。

外観 (25℃) : 液状

HLB : 12.66

曇点 : 47℃



## 【0042】

## 比較製造例 2

ガラス製オートクレープにプロピレングリコール 76 g (1 モル) と KOH 4.0 g を仕込み、減圧脱水後、耐圧滴下ロートから PO 1676 g (28.9 モル) を 105℃ で滴下した。その後、130℃ で圧力が平衡になるまで反応させた後、耐圧滴下ロートから EO 1168 g (26.6 モル) を 130℃ で滴下した。その後、130℃ で圧力平衡になるまで反応させることにより、プロピレングリコールの PO 28.9 モルと EO 26.6 モルブロック付加体 2900 g (E' 2) を得た。

外観 (25℃) : 液状

HLB : 10.61

曇点 : 58℃

## 【0043】

## 比較製造例 3

ガラス製オートクレープにプロピレングリコール 76 g (1 モル) と KOH 6.0 g を仕込み、減圧脱水後、耐圧滴下ロートから EO 2389 g (54.3 モル) と PO 1535 g (26.5 モル) を 125℃ で滴下した。その後、同温度で圧力が平衡になるまで反応させることにより、プロピレングリコールの EO 54.3 モルと PO 26.5 モルのランダム付加体 3980 g (E' 3) を得た。

外観 (25℃) : 液状

HLB : 13.54

曇点 : 70℃

## 【0044】

## 実施例 1～8、比較例 1～5

下記の表 1 に示す配合処方に基づいて、実施例 1～8、比較例 1～5 の金属加工用潤滑剤を得た。

## 【0045】

【表 1】

|                     | 実施例 |    |    |    |    |    |    |    | 比較例 |    |    |      |    |
|---------------------|-----|----|----|----|----|----|----|----|-----|----|----|------|----|
|                     | 1   | 2  | 3  | 4  | 5  | 6  | 7  | 8  | 1   | 2  | 3  | 4    | 5  |
| E 1                 | 40  |    |    |    |    |    |    |    |     |    |    |      |    |
| E 2                 |     | 40 |    |    |    |    |    |    |     |    |    |      |    |
| E 3                 |     |    | 40 |    |    |    |    |    |     |    |    |      |    |
| E 4                 |     |    |    | 40 |    |    |    |    |     |    |    |      |    |
| E 5                 |     |    |    |    | 40 | 40 | 40 | 40 |     |    |    | 40   | 20 |
| E' 1                |     |    |    |    |    |    |    |    | 40  |    |    |      |    |
| E' 2                |     |    |    |    |    |    |    |    |     | 40 |    |      |    |
| E' 3                |     |    |    |    |    |    |    |    |     |    | 40 |      |    |
| カプリル酸               | 5   | 5  | 5  | 5  | 5  |    | 5  | 5  | 5   | 5  |    | 0.5  | 30 |
| セバシン酸               |     |    |    |    |    | 4  |    |    |     |    | 4  |      |    |
| トリエタノールアミン          | 5   | 5  | 5  | 5  | 5  | 5  |    |    | 5   | 5  | 5  | 5    | 25 |
| イチレンジアミン<br>(P0)4   |     |    |    |    |    |    | 10 |    |     |    |    |      |    |
| ジイソプロピルアミン<br>(P0)5 |     |    |    |    |    |    |    | 20 |     |    |    |      |    |
| 水                   | 50  | 50 | 50 | 50 | 50 | 51 | 45 | 35 | 50  | 50 | 51 | 54.5 | 25 |

【0046】

表 1 に記載の金属加工用潤滑剤を用いて、潤滑性を測定した結果を表 2 に示す。

【0047】

【表 2】

|             |   | 銅板<br>に対する潤滑性 |       | アルミニウム板<br>に対する潤滑性 |       |
|-------------|---|---------------|-------|--------------------|-------|
|             |   | 油膜切れ          | 摩擦係数  | 油膜切れ               | 摩擦係数  |
| 実<br>施<br>例 | 1 | ○             | 0.115 | ○                  | 0.099 |
|             | 2 | ○             | 0.126 | ○                  | 0.120 |
|             | 3 | ○             | 0.120 | ○                  | 0.096 |
|             | 4 | ○             | 0.132 | ○                  | 0.095 |
|             | 5 | ○             | 0.125 | ○                  | 0.061 |
|             | 6 | ○             | 0.124 | ○                  | 0.062 |
|             | 7 | ○             | 0.128 | ○                  | 0.078 |
|             | 8 | ○             | 0.128 | ○                  | 0.077 |
| 比<br>較<br>例 | 1 | ○             | 0.155 | △                  | 0.139 |
|             | 2 | ×             | 0.139 | △                  | 0.175 |
|             | 3 | △             | 0.215 | ○                  | 0.136 |
|             | 4 | ×             | 0.266 | ×                  | 0.155 |
|             | 5 | ×             | 0.180 | ×                  | 0.217 |

【0048】

## 【発明の効果】

本発明のポリエーテル系金属加工用潤滑剤は、下記の効果を奏する。

- (1) 鋼材に対する潤滑性に優れるだけでなく、特にアルミニウムのような塑性金属に対する潤滑性にも優れる。
- (2) 水溶性、流動性に優れる。
- (3) 低泡性である。

そのため、切削油、摺動面潤滑油、圧延油、引き抜き油、プレス油、鍛造油、アルミディスク及びシリコンウエハの研磨・切断等の加工に用いる金属加工用潤滑剤として極めて好適である。



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 潤滑性、特にアルミニウムに対して潤滑性に優れた金属加工用潤滑剤を提供する。

【解決手段】 ポリテトラメチレングリコールの両末端にエチレンオキサイドやプロピレンオキサイドを付加した特定の構造を有し、HLBが8.5以上で、且つ重量平均分子量が1,000～30,000であるアルキレンオキサイド付加物(E)、及び炭素数8～12の脂肪族モノカルボン酸及び／又はジカルボン酸(F)からなる潤滑剤であって、該(E)と(F)の配合比率が質量比で1:0.03～1.2である金属加工用潤滑剤である。

【選択図】 なし

特願 2 0 0 3 - 0 8 0 1 9 4

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[ 0 0 0 0 0 2 2 8 8 ]

1. 変更年月日

1 9 9 0 年 8 月 8 日

[変更理由]

新規登録

住 所

京都府京都市東山区一橋野本町 1 1 番地の 1

氏 名

三洋化成工業株式会社

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☒ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**